

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)(51) Int. Cl.⁹

C20 8/12

C20 9/46

C22C 38/12

(45) 공고일자 1997년 05월 03일

(11) 공고번호 특1997-0007161

(21) 출원번호	특1994-0034278	(65) 공개번호	특1996-0023135
(22) 출원일자	1994년 12월 14일	(43) 공개일자	1996년 07월 18일
(71) 출원인	포항종합제철 주식회사 김만재 경상북도 포항시 괴동동 1번지		

- (72) 발명자 미정산
경상북도 포항시 괴동동 1번지 포항종합제철소내
무함수
경상북도 포항시 괴동동 1번지 포항종합제철소내
최규승
경상북도 포항시 괴동동 1번지 포항종합제철소내
- (74) 대리인 전준환, 손원, 김종운

심사관 : 박기호 (특허공보 제439호)

(54) 저철소 특성을 갖는 방향성 전기강판의 제조방법

요약

내용없음

발명자

[발명의 명칭]

저철소 특성을 갖는 방향성 전기강판의 제조방법

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 변압기, 발전기 및 기타 전자기기동의 철심재료로 사용되는 방향성 전기강판 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는, 저온 스라브 가열을 가능하게 하는 특정성분을 첨가하고 이후 2차 재결정 안정화 공정을 거쳐 얇은 판두께로 제조하는 방식에 의해 저철소 특성을 갖는 방향성 전기강판을 제조하는 방법에 관한 것이다.

방향성 전기강판은 결정립의 방위가 (110)[001]방향으로 정렬된 집합조직을 가지고 있으며, 이 제품은 냉간연변형으로 극히 우수한 자기적 특성을 갖는다.

방향성 전기강판의 자기적 특성은 주로 자속밀도와 철손으로 나타낸다. 자속밀도는 통상 1000A/m의 자장에 의해 철심내에 유기되는 자속밀도(B₅₀)이고, 철손은 일정한 주파수, 50Hz의 교류에 의해 1.7T₅₀의 자속밀도가 얻어지도록 할때 철심내에서 열등으로 낭비되는 에너지 손실(W_{Fe})으로 평가하고 있다. 자속밀도가 높은 소재를 사용하게 되면 소형, 고성능의 전기기기의 제작이 가능하게 되며, 철손이 적으면 적출수율 전기 에너지 손실을 대폭 줄일 수 있다.

장기 (100)[001]집합조직은 2차 재결정 현상을 이용하여 얻어지는데, 2차 재결정은 보통의 1차 재결정에 의해 생긴 미세한 결정립들 중에서 특정방위의 결정립, 소위 고스(Boss)방위라 불리는 (100)[001]의 방위를 가진 결정립(통상 2차 재결정의 핵이라 총합)이 시편 전체로 이상성장(Abnormal growth)한 것으로, 이러한 2차 재결정의 발달을 위해서는 MnS, MnSe, AlN, O₂S 등의 입성장 억제제를 이용하여 2차 재결정이 일어나기 전까지 1차 재결정립의 성장을 억제하는 것이 필요하다.

또한, 1차 재결정립들의 방위가 2차 재결정의 핵에 잘 잠식될 뿐만 아니라 2차 재결정의 성장과정에서 2차 재결정이 이상적인 [011]방향을 고수하는데, 즉 우수한 방향성을 갖는 2차 재결정립을 발달시키는 데 유리한 것이어야 하는 것으로 알려져 있다. 이러한 목적을 달성하기 위해서는 적절한 합금설계 및 미세 가공 처리한 공정제어가 필요하다.

최근 에너지 절감의 필요성이 중대됨에 따라 철소특성을 향상시키기 위해, 방향성의 개선 뿐만 아니라 강판 두께를 얇게 하여 제조하려는 욕구가 중대되었다.

이는 철손의 많은 부분분 차지하는 와전류손이 판 두께의 제곱에 비례하기 때문에 판 두께를 얇게 할수록 철손을 저감시킬 수 있기 때문이다.

그러나 판두께가 얇아지면, 제조공정중 최종 고온소둔시 강판 표면부에 존재하던 입성장 억제제, 즉 석출

물들이 외부로 유출되는 경우 강판 내부의 전반적인 석출양이 감소할 뿐만 아니라 그 크기 및 분포가 불균일해져서 2차 재결정이 불안정해지고, 2차 재결정이 일어나지 않더라도 그 방향성이 명확해지는 경향이 통상적인 판두께의 경우보다 더 심하게 나타나기 때문에 통상의 방법으로 안정하게 제조할 수 있는 방향성 전기강판 두께의 하한은 0.30mm 정도인 것으로 알려져 있다.

따라서 이보다 얇은 두께의 경우에 2차 재결정을 안정하게 얻으려 자기특성이 우수한 고자속밀도 방향성 전기강판을 제조하기 위해서는 고온소둔중 2차 재결정의 완료시까지 석출물의 판포면을 통한 외부로의 유출을 억제할 필요가 있다.

이때, 본 발명자는 제강시 Mn, Al, 및 적정비율의 Cu 및 P를 첨가하는 기본 입성장 억제력의 강화에 의한 방법으로 현상특성이 우수한 고자속밀도 방향성 전기강판을 제조하는 기술을 대한민국 특허출원 91-01905호 및 93-23735호에 제안한 바 있다.

그러나, 미발 방법은 1400°C 이상의 고온 스라브가열을 필수적으로 하는 것이기 때문에 1250°C-1320°C의 저온 스라브 가열을 전제로 하여 통상보다 얇은 두께의 저철손 방향성 전기강판을 제조하는 방법인 큰 발명과는 근본적으로 다르다 할 수 있다.

이발명은 본 발명자가 종래 제안한 방법외에 현상 특성이 우수한 고자속밀도 방향성 전기강판에 관한 제안으로는 다음과 같은 것이 있다.

대한민국 특허공개공보 제89-8334호에 공개된 C제강시 노부유기등의 발명으로서 저온 스라브 가열법으로 0.10 내지 0.25mm의 고자속밀도 방향성 전기강판을 제조하는 방법이다. 그러나 이 방법에 있어서는 입성장 억제력의 강화된 목적으로 Si 성분을 보충하기 위해서 몰탈 소둔공정후 강판내에 침소가 증수되도록 하는 침질공정이 추가되고 있다. 따라서 이 방법에 있어서는 침질관리를 위한 추가설비의 설치가 불가피하여 원가상승을 초래하게 되는 문제점이 있다.

또한, 고온소둔시 중화능을 갖는 가스(예로써 암모니아가스, 수소 및 질소의 혼합가스 등이 이에 포함됨)를 사용하는 방법도 주장하고 있으나, 고온소둔시의 분위기가스의 종류 및 그 비율(혼합가스의 경우)에 대한 최적조건을 강편상 및 선형 제조공정등에 따라 달라지는 것으로서, 표면반응에 민감한 Cu, Ni, Cr 등의 원소가 스라브중에 첨가될 뿐만 아니라 중간 탄탈소, 철석조적형성(1) 위한 2차 소둔등 상이한 제조공정을 갖는 본 발명에서의 고온소둔시 분위기가스의 조건과는 근본적으로 일치하지 않는다.

이때, 본 발명자는 상기한 문제점등을 해결하기 위하여 연구와 실험을 통한 결과 큰 발명을 제안하게 된 것으로서, 본 발명은 스라브에서의 슬래그(Slag)층을 없애고, 고온소둔시 암모니아 가스 뿐만 아니라 일반 탄소강과 주철강 설비 및 내열강 설비로 되는 1250-1320°C의 온도에서 스라브를 가열하고 동시에 침질공정등의 공정추가없이 단지 최종 고온소둔시 분위기의 미합점 및 혼합가스의 비율등을 최적화함으로써 0.20-0.27mm의 얇은 두께의 우수한 현상 특성을 갖는 방향성 전기강판의 제조방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

이하, 본 발명을 설명한다.

본 발명은 종래로, C : 0.05-0.08%, Si : 2.90-3.30%, Mn : 0.15-0.30%, S : 0.005% 이하, 가용성 Al : 0.010-0.020%, N : 0.007-0.01%, P : 0.015%, Cu : 0.30-0.60%, Ni : 0.03-0.07%, Cr : 0.03-0.07% 및 나머지 Fe와 기타 불가피하게 첨가되는 불순물로 이루어지는 강 스라브를 1250-1320°C의 온도에서 자기열하고, 통상의 열간압연과 산화하는 단계 ; 상기 산화된 열간압연 1차 냉간압연 및 850-870°C의 온도에서 수소 또는 질소 함유 수소가스의 습윤분위기로 30초-5분간 유지하는 중간소둔하고, 이어 50-75%의 압축률로 2차 냉간압연 후 0.20-0.27mm의 두께로 압연하는 단계 ; 상기 냉간압연을 500-650°C의 온도범위에서 질소 함유 수소가스의 건조분위기로 30초-5분간 2차 소둔하고, 소둔분리제할 도포하는 단계 ; 및 상기 도포된 광택제 η_c (부피%) / η_s (부피%) : 0.25-0.75를 만족하는 질소 함유 수소가스에서 미합점을 10-20°C로 한 습윤분위기로 하여 600-700°C의 온도범위에서 5-10시간 1차 균열하고, 25°C/hr의 승온속도 1000°C까지 승온한 후 ; 이어 질소 함유 수소가스의 건조분위기에서 25°C/hr의 승온속도로 1200°C까지 승온하여 수소가스의 건조분위기에서 10-20시간 유지하는 최종고온 소둔처리하는 단계를 포함하여 이루어지는 저철손 특성을 갖는 방향성 전기강판의 제조방법에 관한 것이다.

이하, 본 발명을 보다 상세히 설명한다.

본 발명에서는 상기 목적을 달성하기 위해 기존 방향성 전기강판과는 달리 Mn 석출물 형성을 억제하고 Al을 통상보다 다소 적은 양으로 첨가하여 제어하여 첨가하는 것이 필요하며, 이를 보완해주기 위해 Cu, Ni, Cr 등의 성분을 적절히 첨가하는 것이 매우 중요한 항목이 된다.

또한 기존 재래식 방향성 전기강판에서 입성장 억제제로 사용하는 Mn의 석출을 가급적 억제하기 위해서는 S 함량을 제강공정에서 제어가능한 최소량의 0.005% 이하로 그 함량을 낮추는 것이 본 발명에 요구된다. S 함량이 그 이상의 경우는 스라브 중심부에 S편석이 심하게 될 뿐만 아니라, Mn이 강중에 동시에 존재할 때 조대한 Mn 석출물이 형성되게 된다. 두께가 20mm 이상인 스라브의 경우 약 1400°C 정도의 고온으로 스라브 가열이 행해지지 않으면 이러한 S편석과 조대한 Mn 석출물은 열간압연후에도 그대로 잔존하여 자기적 특성의 안정을 초래하게 된다.

그것은 조대한 Mn이 있을 때는 스라브 가열 이후에 석출하는 AlN 등의 기타 석출물들이 Mn 주위에 축적됨으로써 미세하고 균일한 석출물 분포를 얻을 수 없게 되어 필요한 입성장 억제력을 확보할 수 없게되기 때문이다.

반면에 Al은 통상보다 다소 적은 양으로 첨가하는 경우, 저온의 스라브 가열에 의해서도 충분히 고용되어 후속공정에서 양호한 석출물 분포를 얻을 수 있게 된다.

본 발명에서의 실험결과 규소강에서 Al이 완전고용하는 온도는 약 1250°C로서 Mn의 경우보다 약 80°C 정도 낮은 것으로 나타났다. 이는 Al과 Mn과는 달리 헬라이트상에서 보다 오스테나이트상에서 약 10배 정도 더 잘 고용되기 때문이다. 본 발명에서의 규소강 스라브의 경우 Mn, Cu, Ni 등이 첨가되므로 스라브 가열시 약 20% 오스테나이트상이 존재한다.

이상과 같은 내용에 근거하여 본 발명에서는 구소강 스텔브의 성분이 다음과 같은 조건을 충족시키도록 조성시킨다.

C는 0.05% 미만이 경우 스텔브 가열시 결정립출이 조대 성장하여 최종 고온소둔시 2차 재결정의 발달이 불안정해지므로 좋지 않으며, 0.08%를 초과하면 탈탄소등에 장시간이 소요되어 바람직하지 않다.

Si는 2.90% 미만의 경우 우수한 철소 특성이 얻어지지 않으며, 3.30%를 초과하는 경우는 냉간압연성이 열화하므로 바람직하지 않다.

Mn은 스텔브에 오스테나이트를 형성하여 AIN의 고용을 용이하게 하는 원소로 0.15% 미만으로 첨가된 경우 오스테나이트의 형성량이 너무 적게 되므로 좋지 않으며, 0.30%를 초과하는 경우 압연시 Roll force가 너무 증가하여 판형상이 불균일해지므로 좋지 않다.

S는 과도하게 첨가하면 스텔브 중심부의 S편석이 심해져 미를 균질화하는데 본 발명범위 이상의 온도로 스텔브를 가열해야 하므로 0.005% 이하로 함유되도록 하는 것이 바람직하다.

산가용성 Si 및 N은 AIN 석출물의 형성에 필요한 원소이다. 산가용성 Si는 0.010% 미만의 경우 2차 재결정의 발달성이 열화되어 지속밀도가 저하되며, 0.020%를 초과하면 2차 재결정의 발달이 불안정해지므로 좋지 않다.

N은 0.007% 미만의 경우 AIN의 양이 부족하게 되며, 0.0011%를 초과하면 제품에 Blister 형태의 결함이 발생하기 쉬워지므로 바람직하지 않다.

P는 본 발명에서와 같이 Mn의 함유량이 통상보다 많은 경우 냉간압연시 판파단을 초래할 수 있으므로 제강에서 비용상수용 유할하지 않고 제제할 수 있는 양인 0.015% 이하로 제한한다.

Fe는 오스테나이트 형성원소로서 AIN의 고용 및 미세 석출에 기여하여 2차 재결정을 안정화하는 원소이다. 0.3% 미만으로 첨가될 경우 그 효과가 미약하여 2차 재결정이 불안정하게 일어나 자기적 특성이 열화되며, 반면에 0.6%를 초과하는 경우는 탈탄소 저하를 초래하여 중간 탈탄소시간을 길게 해야 하므로 바람직하지 않다.

Bi과 Cr은 상호 복합적으로 작용하여 AIN 등의 석출물이 열연후 강전내에 균일하게 분포되도록 하는 원소이다. 그러나 각 원소의 첨가량이 0.03% 미만인 경우는 그 효과가 미약하게 되며, 0.07%를 초과하는 경우는 그 효과가 더 크게 나타나지 않으므로, 고가의 합금첨가에 따른 원가상승을 저감시키기 위해, 0.07% 이하로 첨가하는 것이 좋다.

본 발명의 강성분은 이상과 같으며, 그외는 Fe 및 불가피한 미량의 불순물로 구성된다. 상기와 같은 구소강 소재는 통상의 여러한 용해법, 조괴법, 연주법 등을 이용하여 제조한 경우에도 본 발명의 소재로 사용될 수 있다.

이에서 전술한 강성분으로 조성되는 구소강 스텔브는 열간압연 전 가열하게 되는데, 본 발명에서는 이 가열온도를 1250℃-1320℃ 온도범위로 제한함이 바람직하다. 그 이유는 상기 구소강 스텔브의 가열온도가 1250℃ 미만의 경우에는 AIN 등의 석출물의 고용이 불충분하게 되어 우수한 자기적 특성을 얻을 수 없게 되며, 1320℃를 초과할 경우에는 산화스케일양이 늘어나게 될 뿐만 아니라 슬러그 용융이 일어날 수도 있기 때문이다.

이후 통상의 열간압연으로 후속의 최적 냉간압하율을 고려하여 보통 2.0-2.3mm의 두께의 열간압연판으로 만든다.

열간압연판은 산세된 후 1차 냉간압연하고, 이때 850-870℃의 온도에서 수소 또는 질소를 함유한 수소가스의 습윤분위기에서 중간탈탄 소둔한다. 상기한 같이 중간탈탄 소둔의 강판은 2차 냉간압연으로 최종두께로 조정되며, 이때의 최종 냉간압하율은 50-75%로 하는 것이 바람직하다. 또한, 상기 최종 냉간압연판의 두께는 0.22-0.27mm로 조정됨이 바람직하며, 그 이유는 상기 최종 냉간압연판의 두께가 0.27mm를 초과할 경우에는 지속밀도는 우수하나 우수한 철소 특성을 얻을 수 없으며, 0.22mm 미만일 경우에는 2차 재결정이 불안정하게 일어나 자기적 특성이 열화되기 때문이다.

상기와 같이 최종두께로 된 냉간강판은 회복조직의 형성을 목적으로 1차 재결정이 일어나지 않는 온도범위에서 통상의 방법으로 2차 소둔된다. 즉 500-650℃에서 30초-5분간 질소를 함유한 수소가스의 건조분위기에서 하는 것이 바람직하다.

이후 강판 표면에 최종 고온소둔시의 판면간의 접합방지와 그라스(glass)피막의 생성을 위해 소둔분리재를 도포하며, 이어서 이 강판은 2차 재결정 및 순화(Purification)를 위해 최종 고온소둔된다. 이때 1차 재결정 조직의 형성을 위해 600-700℃에서 5-10시간 정도 1차 균열한 후, 1200℃까지 25℃ 내외의 승온율로 가열하고 10-20시간 정도 균열한 다음 냉각하는 소둔사이클을 채택하는 것이 바람직하다.

여기서 고온균열 구간으로 승온중 1000℃까지는 미열점이 10-20℃인 질소를 함유한 수소가스의 습윤분위기를 사용하며, 이어서 1200℃의 고온균열구간 직전까지는 건조한 질소를 함유한 수소가스의 건조분위기를 사용하고, 고온균열구간에서는 건조한 순수수소계를 사용하는 것이 바람직하다. 또한 이때 습윤 혼합가스의 비율, H_2 (부피%) / N_2 (부피%)을 0.25-0.75로 하는 것이 자기적 특성의 향상에 유리하다.

상기 최종 고온소둔시 습윤분위기를 사용하는 상한온도가 1000℃인 이유는 이를 초과하는 온도에서는 강판표면에 FeO 성분의 산화층이 너무 많이 형성되어 고온 균열구간후 형성되는 그라스 피막의 부식성이 열화하게 되기 때문이다.

미열점이 10℃ 미만인 경우에는 표면산화층 형성에 의한 AIN 등의 석출물 유실의 위험이 미약하여 2차 재결정이 불안정해지므로 자기적 특성이 열화되며, 20℃를 초과할 경우에는 산화층 형성이 과다하여 표면조도(거칠기)가 증가하기 때문에 지속밀도는 우수하여도 저철소 특성은 얻어지지 않는 문제가 있기 때문에 상기 미열점은 10-20℃ 온도범위로 함이 바람직하다.

습윤증합가스의 비율, 즉, $H_2(\text{부피}\%) / H_2(\text{부피}\%)$ 가 0.25 미만일 경우에는 AlN의 분해역제가 미흡하여 입성장 억제력이 감소되는 결과 2차 재결정이 불안정해지며, 0.75를 초과할 경우에는 강판내에 AlN이 입성장 억제효과가 적은 $Mn(Si)N$ 등의 석출물로 변화되어 입성장 억제력이 감소되기 때문에 2차 재결정이 불안정해지므로 상기 $H_2(\text{부피}\%) / H_2(\text{부피}\%)$ 는 0.25~0.75% 범위로 제한함이 바람직하다.

상기와 같은 방법 및 조건으로 최종 고온소둔에 의해 무기질의 글라스 피막이 형성된 강판 표면에는 열연성 향상과 자구미세화에 의한 철소개선의 목적으로 고온소둔후 장력부여 코팅을 하기도 한다.

이하 실시예를 통하여 본 발명을 보다 구체적으로 설명한다.

실시예 1

중량%로 C : 0.06%, Si : 3.3%, Mn : 0.23%, S : 0.003%, 산가용성 Al : 0.017%, N : 0.009%, P : 0.014%, Cu : 0.4%, Ni : 0.055%, Cr : 0.04% 및 잔부 Fe로 조성된 200mm 두께의 스프루를 제조하였다. 이것을 1320℃에서 4시간 스라브가열후 열간압연술 하여 2.3mm 두께의 열연판을 만들었다. 그 다음 산세하고 1차 냉간압연하여 0.60mm 두께로 조정하고, 미슬점이 50℃인 25% H_2 +75% N_2 분위기로 650℃에서 3분간 중간탈탄 소둔을 하고, 이어서 0.23mm 두께로 최종 냉간압연한 후 600℃에서 1분간 건조한 10% H_2 +90% N_2 분위기로 2차 소둔하였다. 이후 MgO를 주성분으로 하는 소둔분리제를 도포한 다음 최종 고온소둔하였다. 이때 650℃에서 5시간 1차 균열한 후 25℃/hr의 승온율로 1200℃까지 가열하였으며, 1200℃에서 10시간 유지후 냉각하는 열처리 사이클을 사용하였다. 승온중 분위기개스로는 1000℃까지 승온중에는 미슬점을 하기 표 1과 같이 5℃, 10℃, 15℃, 20℃, 25℃로 변화시켜 가면서 승온 50% H_2 +50% N_2 개스를 사용하고, 이후 1200℃까지는 건조한 50% H_2 +50% N_2 개스를 사용하였으며, 1200℃의 고온균열구간에서는 건조한 습수소개스를 사용하였다.

이와같이 하여 만들어진 시편들에 대하여 2차 재결정 발달율과 자기적 특성을 조사하여 하기 표 1에 나타내었다.

여기서 2차 재결정 발달율은 약 80℃로 대은 20% 열산용액으로 잔표면을 부식하여 노출한 매크로(Macro) 조직을 관찰하여 측정하였으며, 자기적 특성은 단편자성 측정기로 자속밀도(B_m)과 철손(W_{100})을 측정하였다.

[표 1]

구분	이슬점(℃)	2차 재결정 발달율(%)	자기적 특성	
			$B_m(\text{Tesla})$	$W_{100}(\text{W/Kg})$
비교제 1	5	85	1.78	1.02
발명제 1	10	90	1.85	1.05
발명제 2	15	100	1.88	1.03
발명제 3	20	108	1.87	1.04
비교제 2	25	100	1.83	1.20

상기 표 1로부터 알 수 있는 바와같이, 최종 고온 소둔 승온중 습수분위기의 미슬점이 본 발명범위를 만족하는 경우(발명제 1-발명제 3)에는 강판을 얇은 두께로 제조하여도 2차 재결정이 잘 일어나 1.05W/Kg 이하의 우수한 철손 특성이 얻어짐을 알 수 있다. 반면에 미슬점이 10℃ 미만인 경우(비교제 1)는 표면 산화물 형성에 의한 AlN 등의 석출을 유실역제가 미약하여 2차 재결정이 불안정해지기 때문에 자기적 특성이 열등한 것으로 나타났으며, 20℃를 초과하는 경우(비교제 2)는 산화물 형성이 과다하여 표면조도(거칠기)가 증가하기 때문에 자속밀도는 우수하여도 철손 특성은 얻어지지 않았음을 알 수 있다.

실시예 2

중량%로 C : 0.055%, Si : 3.25%, Mn : 0.26%, S : 0.006%, 산가용성 Al : 0.019%, N : 0.0093%, P : 0.015%, Cu : 0.38%, Ni : 0.05%, Cr : 0.045% 및 잔부 Fe로 조성된 200mm 두께의 스프루를 제조하였다. 이것을 1300℃에서 5시간 스라브 가열후 열간압연술 하여 2.3mm 두께의 열연판을 만든 후 산세하고 1차 냉간압연하여 중간두께로 조정하였다. 이때 1차 열연판 두께는 2차 냉간압축률이 61.6% 되도록 최종 판 두께에 따라 달리하였다. 그 다음, 미슬점이 50℃인 25% H_2 +75% N_2 분위기로 650℃에서 3분간 중간 탈탄소 소둔을 하고, 이어서 최종 냉간압연으로 잔두께를 하기 표 2와 같이 0.30mm, 0.27mm, 0.25mm, 0.22mm, 0.20mm로 변화하여 만든 후, 550℃에서 1분 30초간 건조한 10% H_2 +90% N_2 분위기로 2차 소둔하였다. 이후 MgO를 주성분으로 하는 소둔분리제를 도포한 다음 최종 고온소둔하였다. 이때 650℃에서 5시간 1차 균열한 후 25℃/hr의 승온율로 미슬점이 15℃인 승온 70% H_2 +30% N_2 개스분위기중에서 1000℃까지 가열하고, 이후 1200℃까지는 건조한 70% H_2 +30% N_2 개스중에서 승온한 다음, 1200℃에서 건조한 100% H_2 개스분위기중에서 10시간 유지후 냉각하는 방식으로 고온소둔하였다.

이와같이 하여 만들어진 시편들에 대하여 2차 재결정 발달율과 자기적 특성을 조사하여 하기 표 2에 나타내었다.

[표 2]

구분	최종판두께(mm)	2차 재결정 발달율(%)	자기적 특성	
			B_{10} (Tesla)	W_{1000} (W/Kg)
비교재 3	0.30	100	1.87	1.20
발명재 4	0.27	100	1.87	1.10
발명재 5	0.25	100	1.88	1.06
발명재 6	0.22	100	1.87	1.03
비교재 4	0.20	70	1.72	1.54

상기 표 2로부터 알 수 있는 바와같이, 최종 판두께가 0.22-0.27mm로 본 발명의 범위를 만족하는 발명재(3)-발명재(6)의 경우에는 얇은 두께로 제조할 경우에도 2차 재결정이 잘 일어나 1.10W/Kg 이하의 우수한 철손 특성이 얻어짐을 알 수 있다. 반면에 본 발명범위의 두께를 초과하는 경우(비교재 3)는 자속밀도는 우수하나 우수한 철손 특성이 얻어지지 않았으며, 두께가 0.22mm 미만의 경우(비교재 4)는 2차 재결정이 불안정하게 일어나 자기적 특성이 열등한 것으로 나타남을 알 수 있다.

실시예 3

중량%로, C : 0.04%, Si : 3.23%, Mn : 0.25%, S : 0.004%, 산가용성 Al : 0.013%, N : 0.0033%, P : 0.012%, Cu : 0.37%, Ni : 0.043%, Cr : 0.056% 및 잔부 Fe로 조성된 205mm 두께의 스테인리스를 제조하였다. 이것을 1280℃에서 5시간 소둔 후 가열속도 10℃/min으로 2.9mm 두께의 열연판을 만들었다. 그 다음 산세하고 1차 냉간압연하여 0.70mm 두께로 조정한 후, 이슬점이 50℃인 25% H₂+75% N₂ 분위기로 855℃에서 5분간 중간탈탄 소둔을 하고, 이어서 0.25mm 두께로 최종 냉간압연한 후 500℃에서 1분간 건조한 10% H₂+90% N₂ 분위기로 2차 소둔하였다. 이후 Nb를 주성분으로 하는 소둔보호재를 도포한 다음 최종 고온소둔하였다. 이때 650℃에서 5시간 1차 균열한 후 25℃/hr의 승온속도로 1200℃까지 가열하였으며, 1200℃에서 10시간 유지후 냉각하는 열처리 사이클을 사용하였다. 승온중 분위기개스로는 1000℃까지 승온중에는 이슬점이 13℃인 습윤 수소 및 질소의 혼합개스 사용하고, 이후 1200℃까지는 건조한 75% H₂+25% N₂ 개스를 사용하였으며, 1200℃ 균열구간에서는 건조한 순수수소개스를 사용하였다. 이때 승온중 1000℃까지의 상기 습윤 수소 및 질소의 혼합개스는 그 비율, N₂(부피%) / H₂(부피%)가 하기 표 3과 같이 0.1, 0.25, 0.50, 0.75, 0.90이 되도록 변화하였다.

이와같이 하여 만들어진 시편들에 의하여 2차 재결정 발달율과 자기적 특성을 조사하여 하기 표 3에 나타내었다.

[표 3]

구분	승온중개스비 N ₂ (부피%) / H ₂ (부피%)	2차 재결정 발달율(%)	자기적 특성	
			B_{10} (Tesla)	W_{1000} (W/Kg)
비교재 5	0.10	90	1.80	1.40
발명재 7	0.25	100	1.86	1.07
발명재 8	0.50	100	1.88	1.06
발명재 9	0.75	100	1.87	1.07
비교재 6	0.90	85	1.75	1.47

상기 표 3으로부터 알 수 있는 바와같이, 최종 고온소둔중 혼합개스의 비율, N₂(부피%) / H₂(부피%)가 0.25-0.75인 본 발명재(7)-발명재(9)의 경우 얇은 두께로 제조할 경우에도 2차 재결정이 잘 일어나 1.07W/Kg 이하의 우수한 철손 특성이 얻어짐을 알 수 있다. 반면에 상기 혼합개스의 비율이 0.25 미만의 경우(비교

재 5)는 Si의 분해역제가 미흡하여 입성장 억제력이 감소되는 결과 2차 재결정이 불안정해지며, 0.75를 초과하는 경우(비교재 6)는 각판내에 SiN이 입성장 억제 효과가 적은 $Mn(Si)N$ 등의 석출물로 변화되어 입성장 억제력이 감소되기 때문에 2차 재결정이 불안정하게 될 수 있다.

상술한 바와같이, 본 발명은 별도의 공정 추가없이 최종냉각판의 두께를 조절하고 최종 고온 소둔시 분위기, 미슬점온도 및 용합가스의 비율을 최적화하므로써 두께가 얇으면서도 우수한 성능 특성을 갖는 방향성 전기강판을 제조할 수 있는 효과가 있다.

(57) 청구의 범위

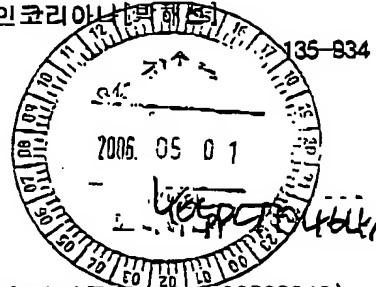
청구항 1

본 발명은 중량%로, C : 0.05~0.08%, Si : 2.90~3.30%, Mn : 0.15~0.30%, S : 0.006% 이하, 가용성 Al : 0.010~0.020%, N : 0.007~0.011%, P : 0.015%, Cu : 0.30~0.60%, Ni : 0.03~0.07%, Cr : 0.03~0.07% 및 나머지 Fe와 기타 불가피하게 첨가되는 불순물로 이루어지는 강 스프리를 1250~1320℃의 온도에서 재가열하고, 통상의 열간압연을 하고 산재하는 단계 ; 상기 산재된 열연강판을 1차 냉간압연 및 850~870℃의 온도에서 수소 또는 질소 함유 수소가스의 습윤분위기로 30초~5분간 유지하는 중간소둔하고, 이어 50~75% 압하율로 2차 냉간압연을 행하여 0.20~0.27mm의 두께로 압연하는 단계 ; 상기 냉연강판을 500~650℃의 온도범위에서 질소 함유 수소가스의 건조 분위기로 30초~5분간 2차 소둔하고, 소둔분리재를 도포하는 단계 ; 및 상기 도포된 강판을 $N_2(부피\%) / H_2(부피\%)$: 0.25~0.75를 만족하는 질소함유 수소가스에서 미슬점을 10~20℃로 한 습윤분위기로 하여 600~700℃의 온도범위에서 5~10시간 1차 균열하고, 25℃/hr의 승온속도로 1000℃까지 승온한 후 ; 이어 질소함유 수소가스의 건조분위기에서 25℃/hr의 승온속도로 1200℃까지 승온하여 순수수소가스의 건조분위기에서 10~20시간 유지하고 최종고온 소둔처리하는 단계를 포함하여 이루어지는 저철손 특성을 갖는 방향성 전기강판의 제조방법.

[Office Action]

발송번호: 9-5-2006-025200191
발송일자: 2006.04.28
제출기일: 2006.06.28

수신 서울 강남구 역삼1동 824-19 동경빌딩(특허법인 코리아나)
특허법인코리아나 박해선



특 허 청 의견제출통지서 意見提出通知書

출원인명칭 제이에프이 스틸 가부시키가이샤 (출원인코드: 519980589010)
주소 일본 도쿄도 지요다구 우찌사이와이초 2초메 2방 3고
대리인명칭 특허법인코리아나
주소 서울 강남구 역삼1동 824-19 동경빌딩(특허법인 코리아나)
지정된변리사 박해선 외 1명

출원번호 10-2005-7006727

발명의명칭 방향성 전자 강판의 제조방법 및 방향성 전자 강판

이 출원에 대한 심사결과 아래와 같은 거절이유가 있어 특허법 제63조의 규정에 의하여 이를 통지하오니 의견이 있거나 보정이 필요할 경우에는 상기 제출기일까지 의견서[특허법 시행규칙 별지 제25호의2서식] 또는/및 보정서[특허법 시행규칙 별지 제5호서식]를 제출하여 주시기 바랍니다.(상기 제출기일에 대하여 매회 1월 단위로 연장을 신청할 수 있으며, 이 신청에 대하여 별도의 기간연장승인통지는 하지 않습니다.)

[이유]

1. 이 출원은 특허청구범위의 기재가 아래에 지적한 바와 같이 불비하여 특허법 제42조제4항제2호의 규정에 의한 요건을 충족하지 못하므로 특허를 받을 수 없습니다.
2. 이 출원의 특허청구범위 제1항 내지 제10항에 기재된 발명은 그 출원전에 이 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 아래에 지적한 것에 의하여 용이하게 발명할 수 있는 것이므로 특허법 제29조제2항의 규정에 의하여 특허를 받을 수 없습니다.

[아래]

1. 본원 청구범위 제1항 및 제6항에는 “필요에 따라서” 라는 발명의 구성을 특정하기 곤란한 용어가 사용되어 발명이 명확하게 기재되어 있다고 볼 수 없습니다.

2-1. 본원 청구범위 제1항은 mass%로, C:0.08% 이하, Si:2.0~8.0% 및 Mn: 0.005~3.0%를 함유한 강슬래브를 압연한 냉연강판에 대한 탈탄 소둔, 소둔분리제 도포, 2차 재결정소둔 및 순화소둔 공정을 포함하는 방향성 전자 강판의 제조방법에 있어서, Al:100ppm 미만, N, S 및 Se를 각각 50ppm 이하로 하며, 상기 순화 소둔 온도가 1170℃ 초과인 경우에는 분위기 수소분압을 0.4atm 이하로, 1170℃ 이하인 경우에는 1050℃ 이상에서 수소분압을 0.8atm 이하로 달리 조정하는 방향성 전자 강판의 제조방법을 청구하고, 청구범위 제2항 내지 제8항은 청구범위 제1항의 종속항으로서 상기 슬라브에 Ni 및 Cu를 함유시키는 방법, Cr, As.

Te, Sb, Sn, P, Bi, Hg, Pb, Zn 및 Cd 중 어느 1 종 또는 2 종 이상을 합계로 0.0050~0.50% 함유하고, 순화 소둔온도가 1170℃ 초과인 경우에는 수소분압을 0.2atm 이하로, 1170℃ 이하인 경우에는 1050℃ 이상에서 수소분압을 0.6atm 이하로 하는 방법, 상기 Cr, As, Te... 등 추가 원소중 Cr은 제외하는 방법, 소둔분리제는 MgO를 주성분으로 하는 방법, 상기 강슬래브의 열간압연후에 열연판소둔하고 1회의 냉간압연이나, 또는 중간 소둔을 사이에 두고 2회 이상의 냉간압연을 실시하는 방법, 상기 순화 소둔분위기 중 질소의 체적분을 50%미만으로 하는 방법을 각각 청구하고 있으나, 국내 특허공보 특1997-0007161호(1997.5.3, 이하 "인용발명1"이라 한다)와 비교해 보면, 주요 구성원소인 C, Si, Mn의 조성범위가 인용발명1과 중복되고, Al, N, S 등의 원소와 추가 함유되는 Ni, Cu 및 Cr 등의 조성범위도 인용발명1의 조성범위에 포함되어 있으며, 냉연강판에 탈탄소둔, 최종 냉간압연, 2차 재결정 소둔, 소둔분리제 도포, 최종 고온 순화소둔 열처리하고, 순화소둔시 수소흡합가스를 사용하는 열처리공정의 주요 기술적 구성이 실질적으로 동일합니다.

다만, 본원이 순화소둔시 노내 온도에 따라 수소분압을 수치한정하고, 추가 구성원소인 As, Te, Sb, Sn, P, Bi, Hg, Pb, Zn 및 Cd 등에 대한 총량을 수치한정하고 있는 차이는 있으나, 수소분압의 수치한정으로 인한 효과가 현저하지 않으며, As 등의 추가원소는 불가피하게 함유되는 불순물로 총량적인 수치한정은 당업자에게 예측 가능한 것이므로 본원 발명은 상기 인용발명1로부터 수소분압의 수치를 효과화함으로써 당업자가 용이하게 발명할 수 있는 정도의 것으로 판단됩니다.

2-2 본원 청구범위 제9항은 청구범위 제8항의 방법으로 제조되는 띠형상의 방향성 전자 강판을 청구하고 있으나 이는 상기 인용발명1의 방법으로 제조한 방향성 전자강판과 실질적으로 동일한 강판으로서 상기 As 등의 원소를 단순 수치한정함으로써 당업자가 용이하게 발명할 수 있는 것으로 판단됩니다.

2-3. 청구범위 제10항은 최종마무리 소둔 및 평탄화공정후 Si: 2.0~8.0% 및 Mn: 0.005~3.0%, N: 35PPM 이하, 반복 구부림 횟수: 6회 이상으로 수치한정한 방향성 전자 강판을 청구하고 있으나, 일본 공개특허공보 특개평2001-107147호(2001.4.17, 이하 "인용발명2"라 한다)와 비교해 보면, Si, Mn 및 N의 조성범위가 상기 인용발명2의 조성범위에 포함되는 실질적으로 동일 재질의 방향성 전자강판입니다.

다만, 본원이 인용발명2에는 나타내지 않은 반복 구부림 횟수를 6회 이상으로 수치 한정하고 있는 미차는 있으나, 반복 구부림에 의한 파손을 취성을 야기하는 N 및 그 외 불순물의 함량과 관련이 있고 인용발명2의 질소 및 불순물 등의 함유량이 본원의 조성범위내에 있어 본원이 상기 인용발명2보다 구부림 횟수에 있어서 현저한 효과가 있다고 볼 수 없으므로 이는 실험결과 나타난 효과를 단순히 수치화한 것에 불과한 것으로서 본원 발명은 상기 인용발명2로부터 당업자가 용이하게 발명할 수 있는 것으로 판단됩니다. 끝.

[참 부]

첨부1 국내 등록특허번호 제1997-7161호(1997.05.03) 1부.

첨부2 일본 공개특허공보 특개평2001-107147호(2001.04.17) 1부. 끝.

특허청

2006.04.28
기계금속건설심사본부
금속심사팀

심사관

이학왕



<< 안내 >>

영세서 또는 도면 등의 보정서를 전자문서로 제출할 경우 매건 3,000원, 서면으로 제출할 경우 매건 13,000원의 보정료를 납부하여야 합니다.

보정료는 접수번호를 부여받아 이를 납부자번호로 "특허법 실용신안법·디자인보호법및상표법에 의한 특허료·등록료와 수수료의 징수규칙" 별지 제1호서식에 기재하여, 접수번호를 부여받은 날의 다음 날까지 납부하여야 합니다. 다만, 납부일이 공휴일(토요일·무일요일 포함한다)에 해당하는 경우에는 그날 이후의 첫 번째 근무일까지 납부하여야 합니다.

보정료는 국고수납은행(대부분의 시중은행)에 납부하거나, 인터넷지로(www.giro.go.kr)로 납부할 수 있습니다. 다만, 보정서를 우편으로 제출하는 경우에는 보정료에 상응하는 동상관을 동봉하여 제출하시면 특허청에서 납부해드립니다.

기타 문의사항이 있으시면 ☎042-481-5520로 문의하시기 바랍니다.

서식 또는 절차에 대하여는 특허고객 콜센터(☎1544-8080)로 문의하시기 바랍니다.